# 证明

### 本证明之附件是向本局提交的下列专利申请副本

申 请 日: 2003.11.27

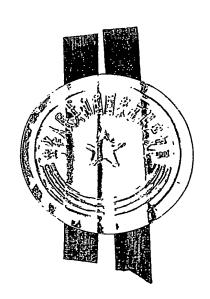
申 请 号: 2003101088971

申请类别: 发明

发明创造名称: 高硅钢及其制备方法

申 请 人: 林栋樑 林晖

发明人或设计人: 林栋樑、林晖



中华人民共和国 国家知识产权局局长



2004年12月8日

BEST AVAILABLE COPY

## 权利要求书

- 1、一种高硅钢,含有硅、铁,其特征在于,重量百分比为: 5-10%硅,0.007-1%碳,杂质 Mn 和/或 P 和/或 S 和/或 Cr 和/或 Ni 含量小于 0.01%,其余为铁2、一种高硅钢的制备方法,其特征是,在 5%-10%含硅量的高硅钢中加入 0.01-1%碳,并对高硅钢的样品进行均匀化热处理,即从  $1200^{\circ}$ C 至低于钢熔点的固熔热处理,保温退火消除高硅钢中大部分第二相,均匀化退火在保护气氛中进行。
- 3、根据权利要求 2 所述的高硅钢的制备方法, 其特征是, 均匀化处理在保护气氛中进行, 采用非氧化气氛, 脱碳气氛或真空。
- 4、根据权利要求 2 所述的高硅钢的制备方法, 其特征是, 或者采用控制热机械处理工艺来调控碳含量。
- 5、根据权利要求 2 所述的高硅钢的制备方法, 其特征是, 或者通过常规金属加工方法制备各种厚度的含碳高硅钢片, 其厚度分别达到 0.5mm, 0.35mm, 0.1mm 的硅钢片, 硅钢片的显微组织为很均匀的晶粒尺寸, 其大小接近于硅钢片的厚度, 即分别达到 0.5mm、0.35mm 和 0.1mm。
- 6、根据权利要求 5 所述的高硅钢的制备方法,其特征是,所述的常规金属加工方法包括以下中的至少一种: (1) 连铸连轧,连轧温度范围为 1000°C 600°C 之间,铸锭在 1000°C 600°C 之间连轧,(2) 结合热轧和冷轧,温度范围为室温到 500°C,生产薄硅钢片,(3) 结合单片热轧和双片叠轧或多片叠轧生产薄硅钢片。
- 7、根据权利要求 2 所述的高硅钢的制备方法,其特征是,制备的硅钢,其室温拉伸伸长率至少达到 10%,从  $200^{0}$ C 到  $800^{0}$ C 的拉伸伸长率大于 20%,在  $800^{0}$ C 及高于  $800^{0}$ C 的伸长率大于 100%,从室温到  $500^{0}$ C 的强度为 600MPa,其在  $500^{0}$ C 空气中暴露 50 小时后的氧化速率为 0.01g/m²,具有以下的软磁性能:最大导磁率为: 46000  $\mu$  m,在各种频率下的铁损为:  $W_{10/50}=0.49$  w/kg, $W_{10/400}=10.56$ w/kg, $W_{5/16}=11$ w/kg, $W_{1/56}=8.71$ w/kg, $W_{0.5/10}=6.5$ w/kg。

### 说明书

#### 高硅钢及其制备方法

#### 技术领域

)

本发明涉及一种硅钢及其制备方法,特别是一种高硅钢及其制备方法。属于材料制备领域。

#### 背景技术

高硅钢,即含有5%-10%硅(重量百分比,以下同)杂质含量小于0.01%、其余为铁的硅钢,具有优异的磁学性能。例如,含有6.5%硅的硅钢具有优异的磁学性能,磁致伸缩近于零,低铁损和高磁导率。然而,这种高硅钢塑性很差,而且随着硅含量的增加而变得更差。如此差的塑性导致其具有很差的加工性能。所以很难用常规金属加工方法制备高硅钢,同时由于差的塑性和加工性更难制备出高硅钢片。

众所周知,高硅钢片越薄,其软磁性质越好,所以人们都希望生产出薄硅钢片。经文献检索发现,K. Okada 等人发表的 "Basic Investigation of CVD Method for Manufacturing 6.5% Si Steel sheet" (J ISIJ 1994, 80: 777-784) 日本"钢铁协会会刊 JISIJ"的"用化学气相沉积方法制备 6.5%硅钢片"一文,该文提到高硅钢片可以用低硅(为 3%)钢片通过化学气相沉积技术增硅制成含有 6.5%硅钢片,这种技术即为"渗硅"技术,用该技术生产高硅钢片,既昂贵且效率又很低。目前在制备高硅钢片的方法方面除了以上障碍外,为了得到要求的磁学性质,必须避免传统存在于钢中的化学元素,如已知碳对高硅钢的磁学性质有不良的影响,所以碳含量必须远低于 0.01%,必须采用昂贵的微碳高纯原提明内容

本发明针对背景技术中的不足和缺陷,提供一种高硅钢及其制备方法,使其采用常规金属加工方法制备高硅钢片,从而解决以上的不足。

本发明是通过以下技术方案实现的,本发明高硅钢包含的各个成分及其重量百分比为: 5-10%硅,0.007-1%碳,杂质含量小于0.01%,其余为铁。

上述的高硅钢的制备方法如下: 在5%-10%含硅量的高硅钢中加入0.01-1

%碳,并对高硅钢的样品进行均匀化热处理,即从 1200°C 至低于钢熔点的固熔 热处理,保温足够的时间退火,消除高硅钢中大部分第二相,均匀化退火在保护气氛中进行,通过常规金属加工方法制备各种厚度的含碳高硅钢片。根据各个工艺条件,退火后,最终碳含量从机械用钢片的 0.04%到软磁用钢片的 0.007%。

本发明采用的均匀化处理,很大地改善了该钢种在很宽的一个温度范围内,特别从室温到 900°C 范围的拉伸塑性和加工性,均匀化的温度范围从 1200°C 到低于该钢的熔点温度。均匀化保温时间要足够长以保证钢中的大部分第二相组成,如碳化物和有序体立方相,得以消除。均匀化处理必须在保护气氛中进行,在本发明中采用非氧化气氛(如惰性气体,氩等),脱碳气氛(如氢气)或真空。

本发明在高硅钢中加入重量百分比 0.01-1%的碳,结合以上描述的均匀化处理可以在很宽的温度范围内,特别是室温到 900°C,显著地改善其拉伸塑性和加工性。同时,高硅钢中含有一定碳量时还能改善其机械性能。

除了以上描述外,还可以根据机械性能的要求,生产出 0.01-1%碳含量的高硅钢。相反的,本发明也可以采用控制热机械处理工艺来调控碳含量,使该高硅钢具有最佳的软磁性能。控制热机械处理("TMCP")工艺使该钢最终成份中碳含量极低,碳远低于 0.01%碳。由于本发明的工艺既不要求采用昂贵原始原料,又不需要化学气相沉积渗硅工艺,所以经济的大规模生产不同厚度的高硅钢片成为可能。

本发明可以用常规金属加工方法制备不同厚度的含碳高硅钢片。对于某些具体对象可以生产出厚度小于 0.5mm 的硅钢片,厚度分别达到 0.5mm, 0.35mm, 0.1mm 的硅钢片,这种硅钢片的显微组织可以控制得到很均匀的晶粒尺寸,其大小接近于硅钢片的厚度,即分别达到 0.5mm、0.35mm 和 0.1mm 的尺寸。所述的常规金属加工方法包括以下中的至少一种: (1) 连铸连轧,连轧温度范围为 1000°C 一600°C之间,铸锭在1000°C一600°C之间连轧,(2) 结合热轧和冷轧(室温到 500°C) 生产薄硅钢片,(3) 结合单片热轧和双片叠轧或多片叠轧生产薄硅钢片。

本发明为了提高加工性能,有利于生产薄硅钢片,初始制备出的高硅钢含碳量较高,随后采用控制热机械处理工艺生产出调控显微组织的钢。所谓调控显微组织是指控制晶粒均匀度,使晶粒尺寸相对于硅钢片的厚度。控制热机械

处理工艺在调控显微组织的同时,还能够调控钢中最终碳含量以保证硅钢片最终获得最佳软磁性能。典型例子是最终碳含量能够调控到最小值。例如,为了获得最佳软磁性能,用前面描述的方法制备的含碳高硅钢要通过适当的热处理工艺,降低其碳含量和调控其显微组织。这种热处理工艺包括 800°C-1250°C 退火工艺,退火必须在一种非氧化气氛(如氩气等惰性气体),脱碳气氛(如氢气)或真空下进行。保护气氛的选择决定于最终需要获得的性能,是要求最佳机械性能或最佳软磁性能。

•

除了软磁性能外,按照本发明要求具有优异的机械性能。例如,室温至 600°C 具有高的屈服强度,在宽的强度范围内具有优异的塑性。所以,它不仅能够很容易被热轧和冷轧,而且每一道的允许变形量也足够大,现存轧制设备在很大范围内都能适应。而且,目前金属加工厂不必改造也能实施这一加工工艺。

本发明在 1000°C-600°C 范围内进行热轧,在室温到 500°C 范围内进行冷轧,含碳高硅钢在高达 500°C 时还具有优异的抗氧化性能。抗氧化性能是指在一定温度当暴露在氧化气氛下材料的失重。

含有 0.007-1%碳的一种高硅钢是本发明的一个体现。高硅钢是指含有 5-10%硅的钢。本发明也指通过控制显微组织和碳含量制备最佳软磁性能高硅钢的一种方法。例如,按照本发明采用常规熔炼技术,如感应熔炼,生产高硅钢,采用常规方法制备的高硅钢,通过控制机械处理可以把该钢中的碳含量降低到微量。因此,并不需要采用高纯的原料来制备无碳的高硅钢钢片。所以生产高硅钢片的费用可以降低。

本发明制备的硅钢,其室温拉伸伸长率至少达到 10%,从  $200^{\circ}$ C 到  $800^{\circ}$ C 的拉伸伸长率大于 20%,在  $800^{\circ}$ C 及高于  $800^{\circ}$ C 的伸长率大于 100%,从室温到  $500^{\circ}$ C 的强度为 600MPa,其在  $500^{\circ}$ C 空气中暴露 50 小时后的氧化速率为 0.01g/m²,具有以下的软磁性能:最大导磁率为: 46000  $\mu$  m,在不同频率下的铁损为:  $W_{10/50}=0.49$  w/kg, $W_{10/400}=10.56$ w/kg, $W_{5/1}$ K=11w/kg, $W_{1/5}$ K=8.71w/kg, $W_{0.5/10}=6.5$ w/kg。

本发明显著改善了硅钢的拉伸塑性和加工性能,加工性能的改善令不同厚度高硅钢片经济的大规模生产成为可能,采用控制热机械处理技术,不仅可用于生产高硅钢片和控制其显微组织,且可调整最终碳含量,从而得到高硅钢片的最佳软磁性能,含碳的高硅钢片可作为高强度结构材料,在室温和中温下,

氧化和腐蚀气氛下使用。

#### 附图说明

7

图 1 700°C 热轧 750°C 保温 140 Min.高硅钢延伸率、屈服强度、抗拉强度与拉伸温度的关系图

图 2 1000°C 轧制态硅钢延伸率、屈服强度、抗拉强度与拉伸温度的关系

#### 具体实施方式

如图 1 和 2 所示,结合本发明的内容提供以下实施例,以下几个例子是被用来说明本发明的某些方面,但本发明并不仅限于这些范围。

一种高硅钢重量百分比为: 5-10%硅, 0.007-1%碳, 杂质 Mn, P, S, Cr 和 Ni 含量小于 0.01%, 其余为铁。所有高硅钢的样品都经过均匀化热处理,即在 1200°C 到刚好低于熔点温度下保温足够的时间退火,以保证从高硅钢中消除大部分第二相。均匀化退火是在保护气氛中进行的。根据各个工艺条件, 退火后, 最终碳含量从机械用钢片的 0.04% 到软磁用钢片的 0.007%。

如下所述,制成的高硅钢具有优异的机械抗氧化和抗腐蚀性能的结合,采 用常规金属加工工艺参数调控还可进一步改变其中一种或几种性能。

#### 实施例1

一种高硅钢重量百分比为: 5%硅, 1%碳,杂质 Mn 和/或 P 和/或 S 和/或 Cr 和/或 Ni 含量小于 0.01%,其余为铁。经过均匀化热处理的一种高硅钢试样,在 700°C 轧制后在 750°C 退火 140 分钟。这种高硅钢的机械性能表示在图 1 上。从图中可以看到,从 200°C 到 400°C,其拉伸伸长率大于 20%,从 500°C 到 600°C,其拉伸伸长率大于 40%,在 800°C 左右,其伸长率已超过 200%。室温伸长率达到 10%并未在图中表达出来。试样在 200°C 到 500°C 的屈服强度约为 600 MPa。

#### 实施例 2

一种高硅钢重量百分比为: 6.5% 硅,-0.007% 碳, 杂质 Min 和/或 P 和/或 S 和/或 Cr 和/或 Ni 含量小于 0.01%,其余为铁。试样经  $1000^{0}$  C 轧制后,其机械性能为图 2 所示。 $200^{0}$  C 的拉伸伸长率大于 15%, $500^{0}$  C 的伸长率大于 60%, $200^{0}$  C 到  $400^{0}$  C 的屈服强度为 700 MPa。 $500^{0}$  C 的屈服强度为 550 MPa。

#### 实施例3

为了显示与本成分钢有关的加工性,按照例 1 的原始成分和均匀化处理后



的含碳高硅钢已通过多道轧制轧成 0.35mm 厚的薄片。为了充分利用超塑性优点,轧制温度选择在  $1000^{\circ}$ C 一 $600^{\circ}$ C 之间,高硅钢片的厚度还通过高于  $200^{\circ}$ C 的冷轧进一步减薄。如果需要能够通过适当的退火工艺把该钢碳含量降到最低值。如果需要获得最佳软磁性能就可以采取此工艺。

#### 实施例 4

为了显示与本成分钢有关的软磁性能,按照例 1 的原始成分和均匀化处理后的含碳高硅钢制成 20mm 厚的板坯。该板坯随后在  $1000^{\circ}$ C 下热轧,在多次热轧厚,最后一道在  $600^{\circ}$ C 轧制成 0.35mm 的薄钢片。该薄钢片在  $1130^{\circ}$ C 氢气氛下退火 2.5 小时,该退火时间能把钢中含碳量降到最低值柄获得以下的软磁性能:最大导磁率为  $46000 \, \mu$  m,在不同磁场/频率(Gs/Hz)下的铁损为: $W_{10/50} = 0.49 \, \text{w/kg}$ , $W_{10/400} = 10.56 \, \text{w/kg}$ , $W_{5/1K} = 11.5 \, \text{w/kg}$ , $W_{1/5K} = 8.71 \, \text{w/kg}$ , $W_{10/400} = 6.5 \, \text{w/kg}$ ,由于所发明的工艺既不要求采用昂贵原始原料,又不需要化学气相沉积渗硅工艺,所以经济的规模生产不同厚度的高硅钢片成为可能。

#### 实施例 5

一种高硅钢重量百分比为: 10%硅,0.4965%碳,杂质 Mn 和/或 P 和/或 S 和/或 Cr 和/或 Ni 含量小于 0.01%,其余为铁。试样经  $1000^{0}$ C 轧制后,其机械·性能为:  $200^{0}$ C 的拉伸伸长率大于 15%, $500^{0}$ C 的伸长率大于 60%, $200^{0}$ C 到  $400^{0}$ C 的屈服强度为 800MPa。 $500^{0}$ C 的屈服强度为 650MPa。

# 说明书附图

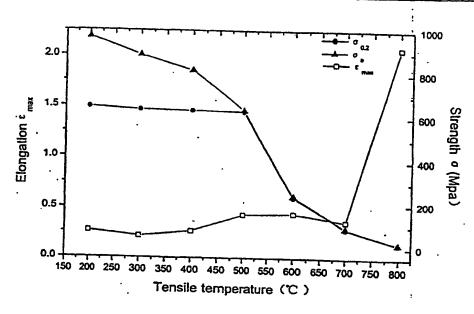


图 1

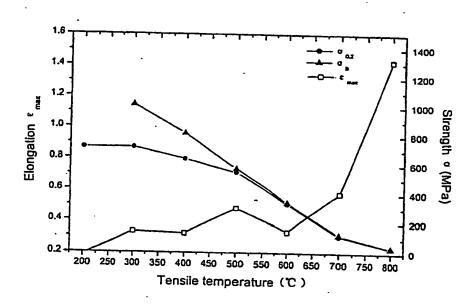


图 2

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/CN04/001317

International filing date:

19 November 2004 (19.11.2004)

Document type:

Certified copy of priority document

Document details:

Country/Office: CN

Number:

200310108897.1

Filing date:

27 November 2003 (27.11.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 26 January 2005 (26.01.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.